形变诱导 GH3625 合金热挤压管材 δ 相的析出行为

丁雨田，高钰璧，豆正义，高鑫，刘德学，贾智

（兰州理工大学 省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室， 兰州 730050）

摘 要 采用 XRD、SEM、EDS 和 Image-Pro Plus 金相分析等手段测定了 GH3625 合金热挤压管材在不同冷变形量(ε)下经过 800 ℃时效后 δ 相的析出含量，并研究了冷变形对 δ 相的析出规律及析出动力学的影响。结果表明，δ 相首先在形变孪晶界、晶界以及变形带上形核并析出，随后在晶内形核并长大，并且随冷变形量的增加，δ 相在变形带上析出量增加；随冷变形量的增加，δ 相的形貌从针状向棒状或颗粒状转变；随着时效时间的延长，δ 相的平均尺寸不断增大，并且长大规律符合 LSW 理论。当时效温度为 800 ℃时，δ 相的析出含量与时效时间的关系满足 Avrami 方程，且随冷变形量的增加，δ 相的含量增加，时间指数 n 减小，δ 相析出速率 α 增加，冷变形促进 δ 相的析出。Nb 的溶质拖曳与 δ 相的钉扎共同作用抑制晶粒长大；ε=35 %时，其合金的硬度随保温时间的延长而增加，ε≥50 %时未发生明显变化。

关键词 GH3625 高温合金，冷变形，δ 相，析出行为，动力学

中图法分类号 TG146.1^{+}5　　文章编号 0412-1961(2016)×-××-×

Precipitation Behavior of δ Phase of Deformation Induced GH3625 Superalloy Hot-extruded Tube

DING Yutian, GAO Yubi, DOU Zhengyi, GAO Xin, LIU Dexue, JIA Zhi

State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China

Correspondent: DING Yutian, professor, Tel :(0931)2973563, E-mail: Dingyutian@126.com

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.51661019) and Gansu Provincial Science and Technology Project (No.145RTSA004)

Manuscript received 2016-11-14, in revised form 2016-12-29

ABSTRACT GH3625 is a wrought nickel-based superalloy mainly used in aeronautical, aerospace, chemical, nuclear, petrochemical, and marine applications industry due to its good mechanical properties, processability, weldability and resistance to high-temperature corrosion on prolonged exposure to aggressive environments. However, in the medium and high temperature environment during long-term service, the γ'' is a metastable phase, easily transformed into stable δ phase, or δ phase directly formed in the γ matrix precipitation so that alloy performance was deteriorated, leading to the result of alloy failure. At the present work, mass fraction of δ phase in GH3625 superalloy, hot-extruded tube cold deformed to different reductions and then aged at 800 ℃ for different times, were measured by the XRD. The effect of cold deformation on the law and kinetics of δ phase precipitation was investigated by SEM, EDS and Image-Pro Plus metallographic analysis and other means. The results show that δ phase first precipitates at the deformation twin and grain boundaries as well as deformation bands, and then precipitates in the grains. The amount of δ phase at the deformation bands increases with the increase of cold deformation. The morphologies of δ phase change gradually from needles to spheroids or rodlike with increasing cold deformation. With the extend of aging time, the average size of δ phase increases, and the average size of δ phase grows according to LSW theory. At 800 ℃, the relati
content of δ phase and aging time follows Avrami equation. As cold deformation increases, the content of δ phase

资助项目 国家自然科学基金项目 No.51661019 和甘肃省重大科技专项项目 No.145RTSA004
收稿日期 2016-11-14 定稿日期 2016-12-29
作者简介 丁雨田，1962 年生，教授，博士
通讯作者 丁雨田，Dingyutian@126.com，主要从事镍基变形高温合金研究
DOI 10.11900/0412.1961.2016.00508

increases as well, the time index n decreases, whereas the δ phase precipitation rate increases. Cold deformation promotes the precipitation of δ phase. The solute drags Nb in soild solution and pinning of δ phase inhibits the grain growth during aging process of cold deformed GH3625 superalloy hot-extruded tube. The hardness of the alloy increases with the extension of the holding time, ε = 35 %, and ε≥50 %, no obvious change occurs.
KEY WORDS GH3625 Superalloy, cold deformation, δ phase, precipitation behavior, kinetics

GH3625 镍基变形高温合金以析出体心四方晶体结构的金属间相 γ''-Ni_3Nb（DO_{22} 结构），与 γ' 相 [$Ni_3(Al,Ti,Nb)$]共同起沉淀强化作用[1-4]。该合金在中、高温（600~900 ℃）环境中工作时仍具有较高的力学性能和良好的耐蚀性以及抗氧化性，其合金管材被广泛应用于航空航天、燃气轮机和核电设备等领域，是航空、航天、核能、石油以及化工领域关键零件的制造材料[5-7]。GH3625 合金管材在中、高温环境中长期服役时，由于合金组织中 γ'' 是亚稳相，容易转变成正交结构的稳定相 δ-Ni_3Nb（DO_a 结构），或者直接从 γ 基体中析出 δ-Ni_3Nb 相，使合金性能退化，进而导致合金失效[8,9]。因此，研究冷变形对 GH3625 合金热挤压管材 δ 相的析出规律及动力学行为的影响就显得尤为重要。

目前，国内外针对 GH3625 合金中 δ 相的研究已经取得一定的进展。Sunararaman 等[10]将 Inconel 625 合金在 750 ℃下保温 100 h 后，发现其组织中有少量的 δ 相析出，而在 700 ℃下进行类似的热处理时，则没有观察到 δ 相的析出；当时效温度升高到 800 ℃时，该合金组织中析出了大量的 δ 相。邸新杰等[11]将 Inconel 625 熔敷合金经 850℃焊后热处理，在基体 γ 相中析出大量的针状 δ 相呈网格分布，且其附近出现了贫 γ'' 相区域。陈名浩和何银秋[12]采用 X 射线衍射对 GH625 合金 δ 相定量分析，发现 δ 相析出峰的温度为 800 ℃，尤其是时效 200 h 以上，析出粒度较大的 δ 相是引起韧性下降的主要原因。赵新宇 [13]通过研究 GH625 合金的冷变形及其对力学性能的影响，发现冷变形量为 18 %的合金在回复过程中析出大量的 δ-Ni_3Nb 相，硬度有所降低，但 δ 相的析出抑制了再结晶的发生，因而持久寿命很高。然而，已有的报道中并未对形变诱导 GH3625 合金热挤压管材 δ 相的析出规律及动力学行为进行系统研究。

本工作对形变诱导 GH3625 合金热挤压管材中 δ 相的析出规律及动力学进行研究，计算得到 δ 相析出动力学曲线，了解 δ 相的析出规律，通过调节冷变形量来控制 δ 相的含量、分布及形态，为提高 GH3625 合金的持久性能和疲劳性能提供理论指导。

1　实验方法

本实验用 GH3625 热挤压管化学成分（质量分数，%）为：C 0.042，Cr 21.77，Ni 60.63，Co 0.19，Mo 8.79，Al 0.21，Ti 0.40，Fe 3.68，Nb 3.75，Si 0.12，Mn 0.2，S 0.0006，P 0.006，Cu 0.06。试样从热挤压管上切取，经 1150 ℃/1 h/AC 固溶处理后机加工成直径为 6 mm，长为 9 mm 的圆柱试样，在应变速率为 10^{-1} s^{-1} 条件下进行变形量 ε 为 35 %、50 %、65 %的室温压缩，随后进行时效处理，时效温度为 800℃，保温时间分别为 25 h、50 h、75 h 和 100 h，加热完后空冷。采用线切割方法将冷变形和时效处理后试样沿轴向中心剖开，进行机械研磨和抛光，用 3 mlHNO_3+5 mlH_2SO_4+90 mlHCl 混合溶液进行化学腐蚀 1~3 min。

采用 Axiovert 40 MAT 光学金相显微镜(OM)、Quanta FEG 450 热场发射扫描电镜(SEM)、能谱仪(EDS)及 Image-Pro-Plus 金相分析软件，观测合金显微组织中 δ 相析出的形貌、分布和数量；用 D8 ADVANCE 型 X 射线衍射仪（XRD）测定 GH3625 合金的 XRD 谱，CuK_α，λ=0.154056 nm，石墨单色器，管电压为 40 kV，管电流为 40 mA，衍射角范围为 20 °≤2θ≤100 °，步长为 0.02 °。利用微机对重叠峰进行分离，并计算奥氏体 γ 相、δ 相和 NbC 衍射峰的积分强度。为提高点阵常数的测量精度，衍射峰的位置利用 Si 粉末标样进行校正，用 Nelson-Riley 函数外推法计算奥氏体点阵常数。

借助 Image-Pro-Plus 金相分析软件测量 SEM 像中 δ 相的平均尺寸，测量数目大于总数目的 2/3 取平均值；在 Axiovert 40 MAT 光学金相显微镜(OM)上观察合金的显微组织，并按照 GH 6394-2002《金属平均晶粒度测定方法》测定合金平均晶粒尺寸；用 FRC-3e 型洛氏硬度计测量合金的硬度值，测量 3 个不同点的硬度值取平均值。

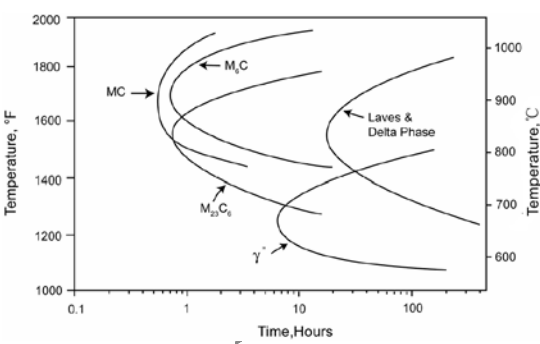


图 1 GH3625 合金中相析出的温度-时间-转变曲线[14-15]

Fig.1 Time-Temperature-Transformation diagram of the phases in GH3625 superalloy [14-15]

从 GH3625 合金中相析出的温度-时间-转变曲线中可以看出[14-15]，在 800 ℃加热温度下，在奥氏体 γ 中析出 γ''、δ、M_6C、$M_{23}C_6$ 和 NbC 相（见图 1）。本工作采用 X 射线定量相分析方法测定析出过程的 δ 相的含量，计算公式如下[16]：

$$\frac{W_\gamma}{W_\delta}=\frac{\rho_\gamma}{\rho_\delta}\cdot\frac{\frac{1}{n}\sum_i^n (I_i^\gamma/R_i^\gamma)}{\frac{1}{m}\sum_i^m (I_i^\delta/R_i^\delta)} \qquad (1)$$

$$\frac{W_{NbC}}{W_\delta}=\frac{\rho_{NbC}}{\rho_\delta}\cdot\frac{\frac{1}{k}\sum_i^k (I_i^{NbC}/R_i^{NbC})}{\frac{1}{m}\sum_i^m (I_i^\delta/R_i^\delta)} \qquad (2)$$

$$W_\gamma+W_\delta+W_{NbC}=1 \qquad (3)$$

$$R=\frac{1}{v^2}PF^2\varphi(\theta)e^{-2M} \qquad (4)$$

其中：W_{NbC}、W_γ、W_δ 分别为 NbC、γ、δ 相的质量分数；I^{NbC}、I^γ、I^δ 分别为 NbC、γ、δ 相衍射峰的积分强度（峰面积）；ρ_{NbC}、ρ_γ、ρ_δ 分别为 NbC、γ、δ 相的密度；m、n、k 分别为选用 δ、γ、NbC 相衍射峰的个数；ν 为单位晶胞体积；F 为合金成分、δ 相成分和 NbC 计算的结构因数；P 为多重性因数；φ(θ)为角因数；e^{-2M} 为温度因数，其中 $M=B\sin^2\theta/\lambda^2$ 为一个与原子偏离其平衡位置的均方位移有关的常数，γ 相、δ 相和 NbC 均使用 B=0.40。

2 实验结果与分析

2.1 GH3625 合金管材中 δ 相的含量

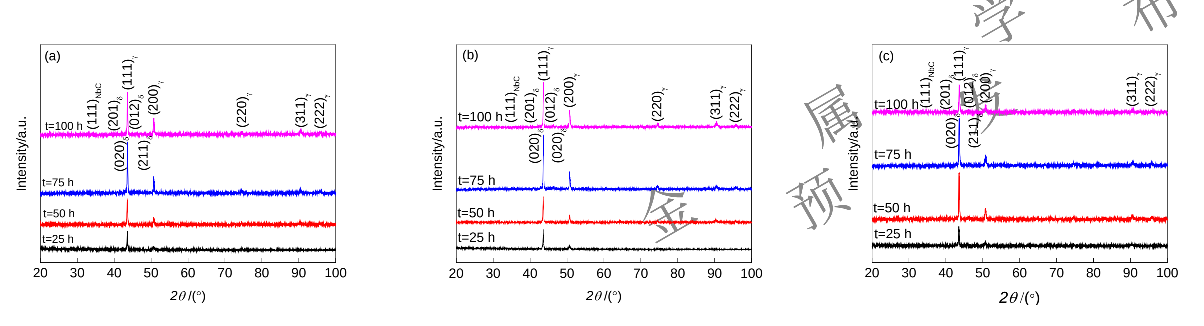


图 2 不同冷变形量及时效制度下 GH3625 合金热挤压管材 XRD 图谱

Fig.2 XRD spectra of GH3625 superalloy hot-extruded tube under different cold reductions (ε) and t aging time

(a) ε=35 % (b) ε=50 % (c) ε=65 %

图2为不同冷变形量及时效制度下GH3625合金热挤压管材X射线衍射图谱及标定。可以看出，GH3625合金热挤压管材在800℃保温25~100 h后奥氏体γ中主要析出δ相和NbC。奥氏体γ相的点阵常数为0.3572

nm，NbC 的点阵常数为 0.4470 nm，δ 相的点阵常数在不同的制度下有较小的变化，其典型的参数 a=0.5106 nm，b=0.4251 nm，c=0.4556 nm，此数值与 M. Sundararaman[10]的测试结果相近。

在定量分析过程中，选用的奥氏体衍射峰为$(111)_\gamma$、$(200)_\gamma$、$(220)_\gamma$、$(311)_\gamma$、$(222)_\gamma$，δ 相衍射峰为$(201)_\delta$、$(020)_\delta$、$(012)_\delta$、$(211)_\delta$，NbC 衍射峰为$(111)_{NbC}$。采用 X 射线定量分析方法测定不同冷变形量及时效制度下的 δ 相的质量分数（见表 1）。由表 1 可知，δ 相的含量随冷变形量的增加和保温时间的延长而增加。

表 1 GH3625 合金管材 δ 相质量百分数

Table 1 The mass fraction of δ phase in GH3625 superalloy tubes

(mass fraction / %)

ε / %	25 h	50 h	75 h	100 h
35	1.58	1.77	1.95	2.15
50	1.73	1.89	2.12	2.24
65	1.88	2.07	2.28	2.34

2.2 形变对 δ 相析出规律的影响

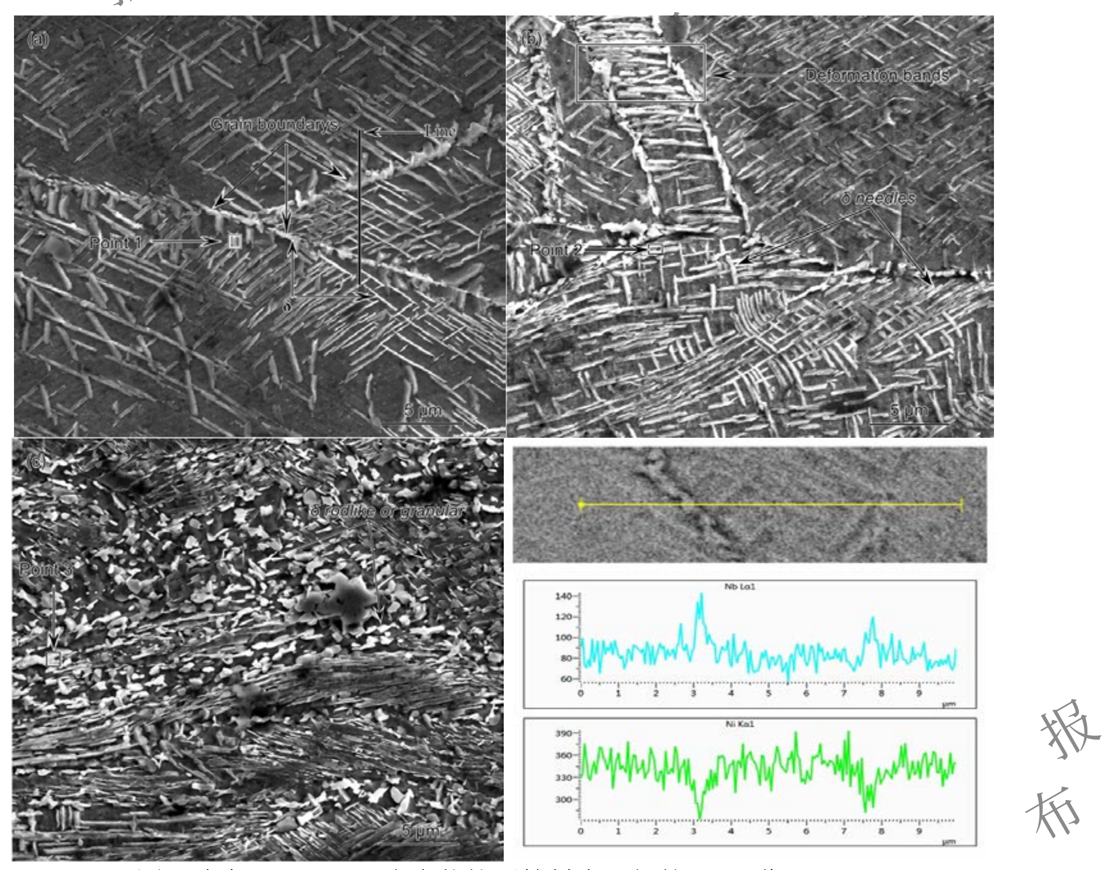


图 3 冷变形 GH3625 合金热挤压管材中 δ 相的 SEM 像及 EDS

Fig.3 SEM images (a~c) and EDS (d) of δ phase in cold deformed GH3625 superalloy hot-extruded tube aging at 800℃ for 75 h

(a) ε=35 % (b) ε=50% (c) ε= 65 % (d) EDS scaned along the line shown in Fig.3(a)

图 3 为冷变形 GH3625 合金热挤压管材中 δ 相的 SEM 像及 EDS。由图 3 可知，冷变形影响 δ 相析出的位置，在 ε=35 %时，δ 相首先在晶界及形变孪晶界上形核并析出（图 3a），随后在晶内形核并长大；ε≥50 %时，δ 相首先在变形孪晶界、晶界及变形带上形核并长大（图 3b），随后在晶内形核并析出（图 3c），并且随着冷变形量增加，δ 相在变形带上析出的含量增多。这是因为在小变形量时，由于变形产生的位错密度较低，δ 相在晶界（孪晶界）或晶内析出，随冷变形量的增加，位错密度提高，δ 相在变形带上析出，使 Nb 在缺陷处的非平衡偏聚程度提高，使得 δ 相的含量随变形量的增加而增多[17]。同时，冷变形程度越高，冷变形产生的超空位越多， Nb 原子的非平衡偏聚程度随形变量的增加愈严重，这样在位错胞壁和位错墙

位的 Nb 含量越高，因而降低了 δ 相的形核的临界自由能，促进了 δ 相析出[18]。由图 3d 可知，晶界处 Nb 的偏析程度大于基体中的偏析程度，此结论与 Liu 等[18]的研究结果相近；同时，测定的 point 1、point 2 和 point 3 处 Nb 的含量（质量分数）分别为 6.0%、8.1%和 11.3%，这说明，随着冷变形量的增加，Nb 在缺陷处的含量增加，从而验证了 δ 相的析出是由 Nb 原子的非平衡偏聚引起的。

同时，冷变形影响 δ 相的析出形貌，ε=35%时，析出的 δ 相为针状（图 3a）；ε=50%时，析出的 δ 相主要为棒状或颗粒状，还有少量的针状（图 3b）；ε=65 %时，析出的 δ 相为短棒状或颗粒状（图 3c）。这是因为在冷变形量较小的情况下，冷变形产生的位错组态为位错胞、平面状滑移位错和位错带，位错胞型的位错密度较低，Nb 在奥氏体中均匀分布，δ 相一旦形核将沿与奥氏体取向关系生长，其形貌为针状；在大的冷变形条件下，冷变形产生的位错结构为位错胞和位错墙，也就是说奥氏体被位错墙所分割，位错墙具有较高的位错密度，并且有 Nb 的非平衡偏聚使 Nb 在位错胞和位错墙处富集，δ 相一旦在位错壁和位错墙处形核，则不可能沿奥氏体的取向关系长入基体，因此 δ 相的形貌为短棒状或颗粒状[19-21]。

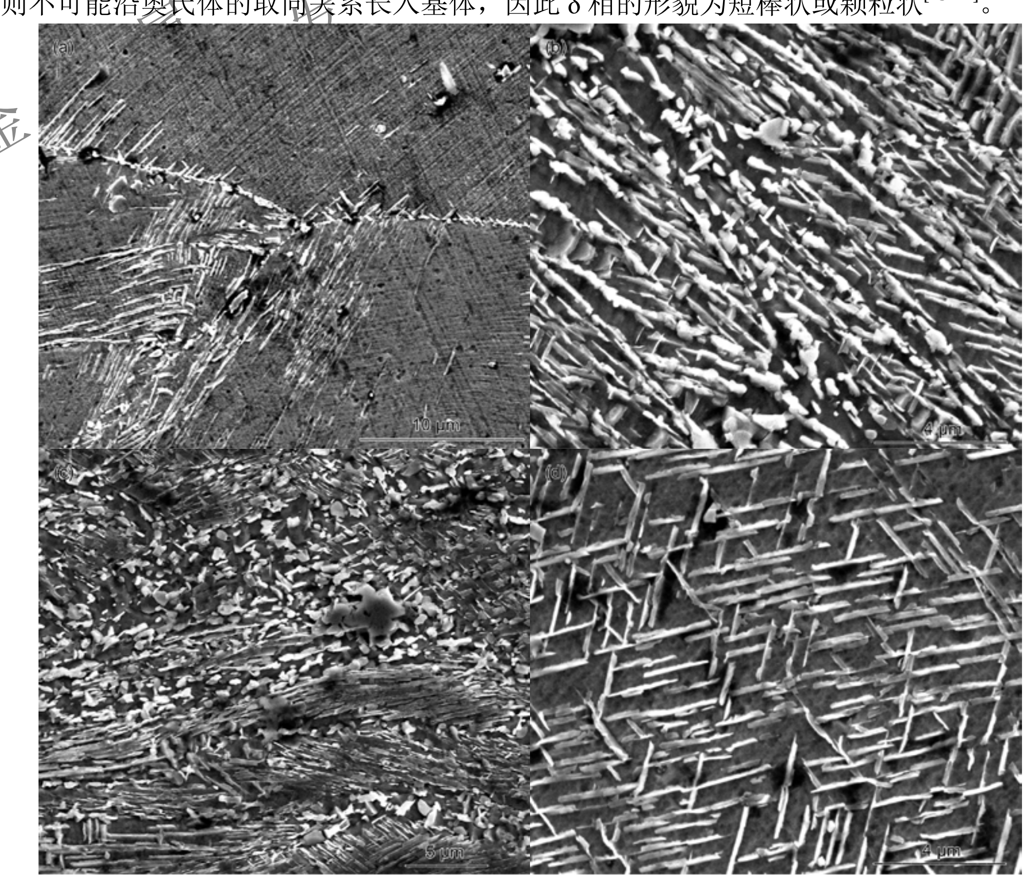


图 4 不同保温时间下冷变形 GH3625 合金热挤压管材中 δ 相的 SEM 像

Fig.4 SEM images of δ phase in cold deformed GH3625 superalloy hot-extruded tube (ε=65 %) with different aging time at 800℃

(a) t=25 h (b) t=50 h (c) t= 75 h (d) t=100 h

图 4 为不同保温时间下冷变形 GH3625 合金热挤压管材中 δ 相的 SEM 像。由图 4 可知，随着保温时间延长，GH3625 合金热挤压管材中 δ 相的平均尺寸不断增大，其含量也不断增加。表 2 为实验中测得的合金管材中 δ 相的平均尺寸（平均长度 $\bar{l}$ 和平均宽度 $\bar{w}$），对其分析可知，δ 相的平均长度 $\bar{l}$ 和平均宽度 $\bar{w}$ 都与 $t^{1/3}$ 成线性关系（图 5），符合 LSW 理论[22-23]，即：

$$\bar{d}^3 - \bar{d}_0^3 = kt \quad (5)$$

式中，$\bar{d}$ 为时效后析出相颗粒的平均直径，μm；$\bar{d}_0$ 为 $t=t_0$ 时析出相颗粒的平均直径，μm；k 为析出相的长大速率，$\mu m^3/h$；t 为保温时间，h。

表 2 不同保温时间下 δ 相的平均尺寸

Table 2 Average sizes of δ phase at different holding times at 800 ℃（ε=65 %）

Holding time / h	$\overline{l}$ / μm	$\overline{w}$ / μm
25	1.462	0.204
50	1.854	0.260
75	2.205	0.326
100	2.536	0.377

Note: $\overline{l}$ —average lengths of δ phase, $\overline{w}$ —average widths of δ phase

将表 2 中的实验数据代入式(5)，得到 δ 相 $\overline{l}$ 和 $\overline{w}$ 的长大速率分别为 2.11×10^{-1} μm^3/h 和 2.82×10^{-4} μm^3/h，其长度方向的长大比宽度方向更为显著。

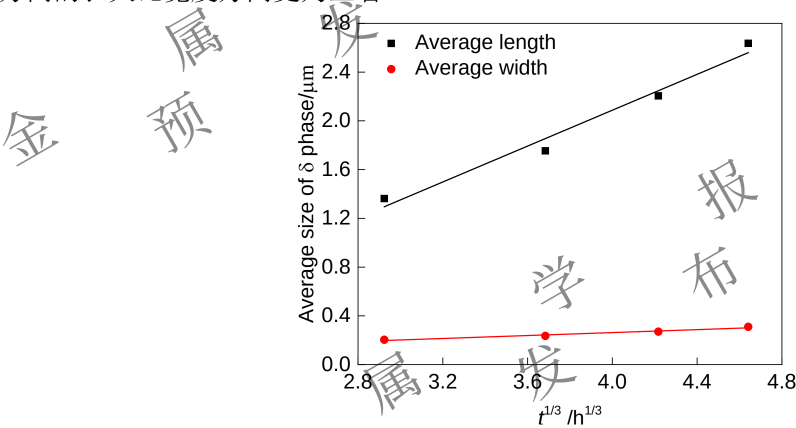


图 5 不同冷变形量下在 800℃时 δ 相的平均尺寸与时效保温时间的关系

Fig.5 Relationship between average sizes of δ phase and the aging holding times (t) at 800 ℃

2.3 形变对 GH3625 合金热挤压管材 δ 相的动力学影响

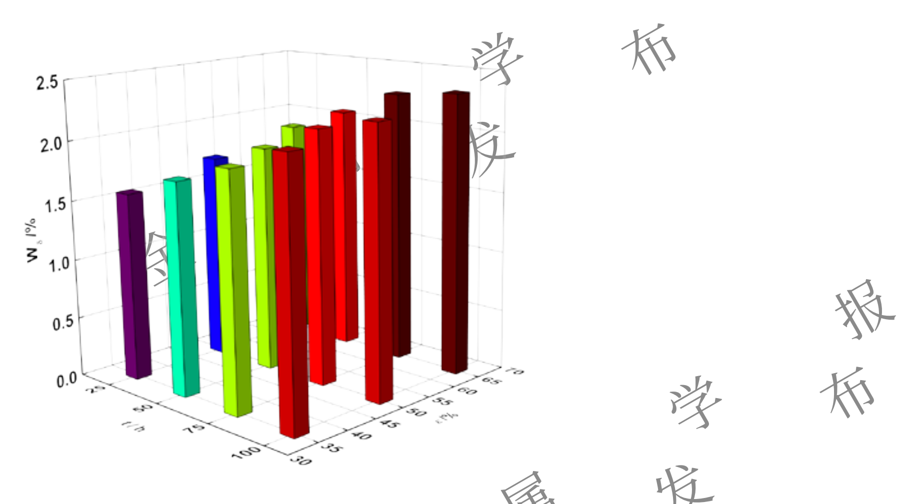


图 6 冷变形 GH3625 合金热挤压管材在 800℃时效温度下 δ 相的含量与时效时间的关系

Fig.6 Relationship between δ- phase content W_δ and aging time of cold deformed GH3625 superalloy hot-extruded tube at 800 ℃

图 6 为冷变形 GH3625 合金管材在 800 ℃时效时 δ 相质量分数与时效时间的关系。由图可知，在冷变形量一定的条件下，随着时效时间的延长，δ 相的含量增加，最后达到平衡状态。平衡态时 δ 相的含量 W_s 取决于加热温度，在 800 ℃时效时，W_s 大约为 3%。在时效时间一定的条件下，随冷变形量的增加，δ 相的含量增加。

在一定时效温度下，δ 相的含量 W_δ 与等温时间 t 的关系可用 Avrami 方程[24~26]表示：

$$W_\delta = W_s[1-\exp(-at^n)] \qquad (6)$$

式中，W_s 为给定时效温度下 δ 相的析出平衡含量；α 为 δ 相的析出速度；n 是时间指数，取决于 δ 相的形核和长大机制。根据图 6 的实验结果绘制出 $\lg[-\ln(1-W_\delta/W_s)]$ 与 lgt 的关系曲线（图 7）。通过线性回归分析，求出 δ 相的析出动力学参数见表 3。

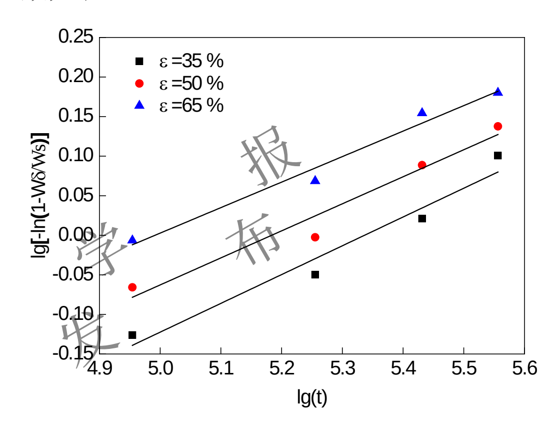




图 7 $\lg[-\ln(1-W_\delta/W_s)]$ 与 lgt 的关系

Fig.7 Relationship between $\lg[-\ln(1-W_\delta/W_s)]$ and lgt

表 3 δ 相析出动力学参数

Table 3 Parameters for precipitation kinetics of δ phase

ε / %	α / s^{-n}	*n*
35	1.144×10^{-2}	0.364
50	1.693×10^{-2}	0.342
65	2.463×10^{-2}	0.322

Note: α- precipitation velocity of δ phase, n-time index

冷变形量对 δ 相析出动力学的影响可借助于 n 和 α 值的变化来反映。从表 3 可以看出，在时效温度一定的条件下，随冷变形量增加，时间指数 *n* 降低，而 δ 相析出速率 α 增加。这说明，随冷变形量的增加，δ 相析出速率增大，δ 相析出的结束时间缩短。因此，冷变形促进了 δ 相的析出。

2.4　δ 相对合金晶粒尺寸及硬度的影响

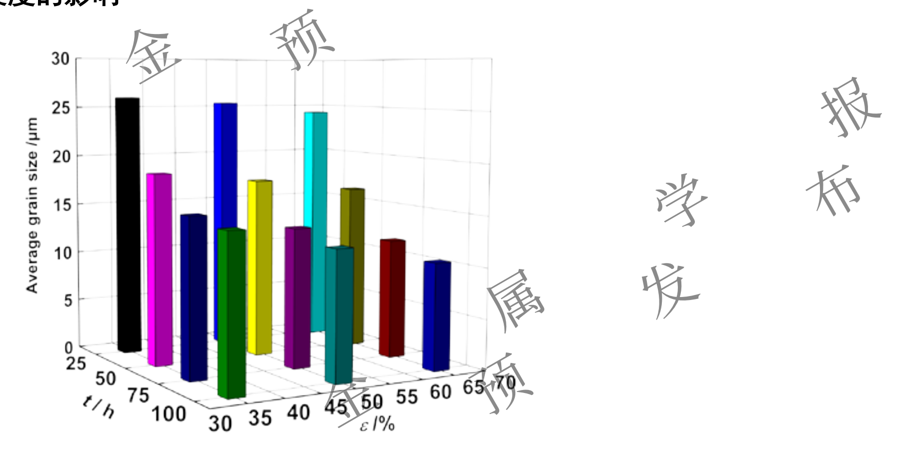


图 8　冷变形量和时效时间对 GH3625 合金热挤压管材晶粒尺寸的影响

Fig.8 Effect of cold deformation and aging time on grain size of GH3625 superalloy hot-extruded tube

图 8 为 GH3625 合金热挤压管材晶粒尺寸与冷变形量与时效时间的关系。由图可知，随着冷变形量的增加和保温时间的延长，GH3625 合金热挤压管材的晶粒尺寸逐渐减小。这是由于随着冷变形量的增加和保温时间的延长，Nb 原子的非平衡偏聚程度加大，Nb 原子的含量在位错处增加，Nb 的溶质原子拖曳[27]

与 δ 析出相钉扎[28]共同作用阻碍晶界在晶体组织中的迁移，从而对晶粒长大产生明显的抑制作用。

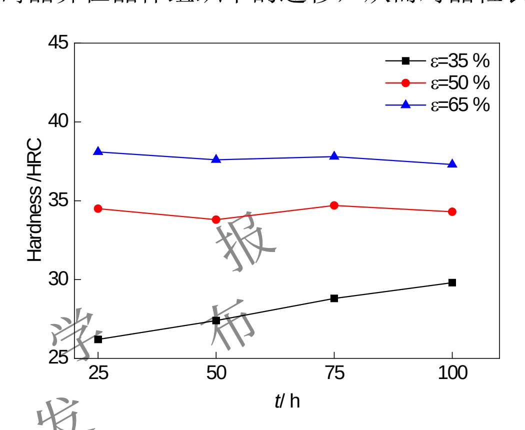


图 9 冷变形量和时效时间对 GH3625 合金热挤压管材硬度的影响

Fig.9 Effect of cold deformation and aging time on hardness of GH3625 superalloy hot-extruded tube

图 9 为 GH3625 合金热挤压管材硬度与冷变形量与时效时间的关系。由图可知，当 ε=35 %时，合金的硬度值随保温时间的延长而增加；当 ε≥50 %时，合金的硬度值随保温时间的延长而未发生明显变化。对于冷变形量为 35 %的时效试样来说，其硬度的提高是由于冷变形量较小时，在晶界及孪晶界上形核析出的 δ 相对晶界（孪晶界）的钉扎作用，导致合金硬度的提高；对于冷变形量达到 50 %以上，合金的硬度值并未发生明显下降是由于合金在时效过程中析出了 δ 相，消耗了基体中起固溶强化作用的 Nb 元素，其数量的减少使合金硬度降低。此外，随着冷变形量的增加，δ 相的含量增多，而且其形貌由针状转变为颗粒状或短棒状，颗粒状的 δ 相对位错起阻碍作用，起到弥散强化的作用从而使合金硬度提高。综上两种因素的综合作用，使合金的硬度未发生明显的变化。

3 结论

（1）冷变形影响 δ 相析出位置，δ 相首先在晶界及形变孪晶界上形核析出，随后在晶内形核析出，随着变形量的增加，δ 相在变形带上形核析出，并且析出含量增多；同时，冷变形影响 δ 相的析出形貌，随着冷变形量的增加，δ 相的形貌由针状转变为短棒状或颗粒状；随着保温时间的延长，δ 相的平均尺寸不断增大，其长大规律符合 LSW 理论。

（2）冷变形 GH3625 合金管材在 800℃时效过程中 δ 相析出质量百分数与时效时间的关系符合 Avrami 方程，随着冷变形量的增加，时间指数 n 降低，析出速率 α 增加。冷变形促进了 δ 相的析出。

（3）Nb 的溶质拖曳与 δ 相的钉扎共同作用抑制晶粒长大；ε=35 %时，其合金的硬度随保温时间的延长而增加，ε≥50 %时未发生明显变化。

参考文献

[1] Guo J T. Materials Science and Engineering for Superalloys [M].Beijing: Science Press, 2008, 4:1
(郭建亭．高温合金材料学[M]．北京:科学出版社, 2008, 4:1)

[2] Murr L E, Martinez E, Gaytan S M, et al. Microstructural architecture, microstructures, and mechanical properties for a Nickel-Base superalloy fabricated by electron beam melting[J]. Metall. Mater. Trans. A, 2011, 42(11):3491

[3] China Aeronautical Materials Handbook Compile Committee. China Aeronautical Materials Handbook [M].Beijing: Standards Press of China, 2002, 05:238
(中国航空材料手册编委会．中国航空手册[M]．北京:中国标准出版社, 2002, 05:238)

[4] Paul C P, Ganesh P, Mishra S K, et al. Investigating laser rapid manufacturing for Inconel-625 components [J].Optics. Laser Technol., 2007, 39(4):800

[5] Mittra J, Dubey J S, Banerjee S. Acoustic emission technique used for detecting early stages of precipitation during aging of Inconel 625[J].Scripta Mater., 2003, 49(12):1209

[6] Ye J. Nickel Base Superalloy [M].Beijing: Science Press, 1978:228
(冶军．美国镍基高温合金[M]．北京:科学出版社, 1978:228)

[7] Zhang H B. Inconel625 alloy progress abroad [J]. Special Steel Technology, 2000(3):69
(张红斌. 国外 Inconel625 合金的进展[J].特钢技术, 2000(3):69)

[8] Cortial F, Corrieu J M, Vernot-Loier C. Influence of heat treatments on microstructure, mechanical properties, and corrosion resistance of weld alloy 625[J]. Metall. Mater. Trans. A, 1995, 26(5):1273

[9] Suave L M, Cormier J, Villechaise P, et al. Microstructural evolutions during thermal aging of alloy 625: impact of temperature and forming process [J]. Metall. Mater. Trans. A, 2014, 45(7):2963

[10] Sundararaman M, Mukhopadhyay P, Banerjee S. Precipitation of the δ-Ni_3Nb phase in two nickel base superalloys [J].Metall. Mater. Trans. A, 1988, 19(3):453

[11] Di X J, Xing X X, Wang B S. Nucleation and coarsening mechanism of δ phase Inconel 625deposited metal [J].Acta. Metal. Sin., 2014, 50(3):323
(邸新杰，邢希学，王宝森. Inconel625 熔敷金属中 δ 相的形核与粗化机理[J]. 金属学报, 2014(3):323)

[12] Chen M H, He YQ. Metall. Anal. Quantitative phase analysis of γ''-Ni_3Nb 、δ-Ni_3Nb and other phases in superalloy GH625 by X-Ray diffraction [J], 1989, 9(2):1
(陈名浩，何银秋. 镍基合金中 γ''-Ni_3Nb 和 δ-Ni_3Nb 等相的衍射定量相分析[J]. 冶金分析, 1989(2):1)

[13] Zhao X Y. Cold Deformation behavior of GH3625 alloy and their effects on the mechanical properties [J].J. Mater. Eng., 2000, (9): 37
(赵新宇. GH3625 合金的冷变形及其力学性能的影响[J].材料工程, 2000, (9):37)

[14] Floreen S, Fuchs G E, Yang W J. “The Metallurgy of Alloy 625,” Superalloys 718, 625 and Various Derivatives, ed. E. A. Loria, (TMS,Warrendale, PA, 1994), 13-37.

[15] Shoemaker L E. Alloys 625 and 725: trends in properties and applications[C]// Superalloys. 2005

[16] Liu W, Xiao F, Yao M, et al. Quantitative phase analysis of Inconel 718 by X-ray diffraction [J]. J. Mater. Sci. Lett., 1997, 16(9):769

[17] Singh R P, Hyzak J M, Howson T E, et al. Recrystallization behavior of cold rolled alloy 718[C]// Superalloys.1991:205

[18] Liu W C, Yao M, Chen Z L, et al. Niobium segregation in Inconel 718[J]. J. Mater. Sci., 1999, 34(11):2583

[19] Liu W C, Chen Z L, Xiao F R, et al. Effect on cold rolling on the precipitation behavior of δ phase and γ″ phase in Inconel 718[J]. AAAS, 1999, 20(3):279
(刘文昌，陈宗霖，肖福仁，等. 冷轧变形对 Inconel 718 合金 δ 相 γ″相析出行为的影响[J]. 航空学报, 1999, 20(3):279)

[20] Kañetas P J P, Osorio L A R, Mata M P G, et al. Influence of the delta phase in the microstructure of the Inconel 718 subjected to “delta-processing” heat treatment and hot deformed [J]. Procedia Materials Science, 2015, 8:1160

[21] Liu W C, Yao M, Xiao F R, et al. Determination of δ phase fraction and precipitation behavior of δ phase in Inconel718 alloy [J] Iron and Steel, 1997, 32(5):55
(刘文昌，姚枚，肖福仁，等. Inconel 718 合金 δ 相含量的测定及 δ 相析出[J]. 钢铁, 1997(5):55)

[22] Footner P K, Richards B P. Long-term growth of superalloy γ′ particles [J]. J. Mater. Sci., 1982, 17(7):2141

[23] Smokingermain R E, translated by Zhang R J. Modern Physical Metallurgy [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1980:176
(Smokingermain R E 著，张人洁译. 现代物流冶金学[M].北京：冶金工业出版社, 1980:176)

[24] Avrami M. Kinetics of phase change. II transformation milime relations for random distribution of nuclei [J].J. Chem. Phys., 1940, 8(2):212

[25] Yuan Z J, Liu J S, Zhang S H. Research on precipitation kinetics of δ-phase in GH4169 alloy [J].Journal of Shenyang Ligong University, 2010, 29(2):23
(袁兆静，刘劲松，张士宏. GH4169 合金 δ 相的析出动力学研究[J]. 沈阳理工大学学报, 2010, 29(2):23)

[26] Liu W C, Chen Z L, Xiao F R, et al. Effect of cold rolling on the kinetics of δ phase precipitation in Inconel 718[J]. Acta. Metall. Sin. , 1998, 34(10):1049
(刘文昌，陈宗霖，肖福仁，等. 冷轧变形对 Inconel 718 合金 δ 相析出动力学的影响[J]. 金属学报, 1998, 34(10):1049-1054.)

[27] Cahn J W. Coherent fluctuations and nucleation in isotropic solids [J]. Acta. Metall. Sin. , 1962, 10(10):907

[28] Smith C S. Grains, phases, and interphases: an interpretation of microstructure [J]. Metals Technology, 1948, 175:15